

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

239183
(11) (B1)

[22] Prihlášené 02 01 84

[21] [PV 53-84]

(51) Int. Cl.⁴
D 01 F 6/68

[40] Zverejnené 15 05 85

[45] Vydané 15 05 87

[75]

Autor vynálezu

LACKO VLADIMÍR ing. CSc., SVIT

[54] Spôsob výroby vysokožmrštivých kopolyesterových vlákien

1

2

Predmetom vynálezu je spôsob výroby vysokožmrštivých kopolyesterových vlákien vhodných pre výrobu vysokoobjemných relaxačne objemovaných priadzí, vyrobených z kopolyesteru kyseliny tereftalovej, izoftalovej a etylénglykolu, pričom sa zmršťovacie sily zvýšia rozvetvením prísadou troj, alebo viacfunkčných esterotvorných zlúčenín.

Vynález sa týka spôsobu výroby vysoko-zmrštivých kopolyesterových vlákien, určených pre relaxačné objemovanie, ktoré majú zvýšené relaxačné sily.

Pri postupe podľa vynálezov, chránených čs. patentami 105 653 a 117 159 sa vyrábajú relaxačné objemové priadze s použitím kopolyesterových vysoko-zmrštivých vlákien, v ktorých základnými zložkami sú kyselina tereftalová a etylénglykol. Kopolyesterifikačnou zložkou je kyselina izoftalová. Pri výrobe relaxačne objemovaných priadzí sa pripraví priadza zo zmrštivých a nezmrštivých, prípadne menej zmrštivých vlákien. Pri tepelnej úprave takýchto priadzí sa zmrštivé vlákna zmrštia a nezmrštivé vlákna vytvoria okolo nich oblúčky, čím sa priadza zobjemní.

Je známe, že relaxačné sily vlákien kopolyesterifikovaných kyselinou izoftalovou sa dajú meniť obsahom kopolyesterifikačnej zložky, dĺžiacim pomerom a dĺžiacou teplotou. Tieto spôsoby majú obmedzený účinok.

Podstatné zvýšenie relaxačných síl sa podľa tohoto vynálezu dosiahne, ak sa použije ďalšia kopolyesterifikačná zložka a to troj, alebo viacfunkčná organická zlúčenina, s funkčnými skupinami, schopnými tvoriť polyestery. Takýmito skupinami sú skupiny hydroxylové, fenolické, karboxylové. Tieto môžu byť voľné, alebo esterifikované jednosýtnym alkoholom, alebo etylénglykolom. Tieto zlúčeniny kopolyester rozvetvujú a zosieťujú. Zosietené polyestery a kopolyestery sa nedajú použiť pre výrobu vlákien. Keď sa však použije len malé množstvo viacfunkčnej zlúčeniny, ktorá spôsobí len malé rozvetvenie, polymér zostáva vláknotvorným. Rozvetvenie polyesterov a kopolyesterov je známe napríklad z US 2 895 946 alebo US 3 461 468. Pri týchto vynálezoch sa vyriešené polyméry vôbec nepoužívajú pre výrobu vysoko-zmrštivých vlákien pre relaxačné objemovanie.

Podstata vynálezu spočíva v novom použití rozvetvenia a to pre výrobu vysoko-zmrštivých vlákien, ktoré majú zvýšené relaxačné sily. Tým v priadzi umožňujú dosiahnuť zvýšené zmrštenie a toto vedie k zvýšenej objemnosti priadze.

Pri výrobe kopolyesterových vlákien podľa vynálezu sa polyestery kyseliny tereftalovej a etylénglykolu kopolyesterifikujú 4 až 15 molárnymi % kyseliny izoftalovej, takže kyselina tereftalová tvorí od 96 do 85 mol % z obsahu kyselinovej zložky. Navyše sa pridáva 0,05 až 0,7 mol % viacsýtnej esterotvornej zlúčeniny. Postup podľa vynálezu nevyžaduje niektorú špeciálnu viacfunkčnú zlúčeninu. Postačujú troj, alebo štvorfunkčné zlúčeniny. Príkladom vhodným trojfunkčných zlúčenín sú glycerín, trimetylpropán, alebo trimetyltrimezinát. Príkladom vhodnej štvorfunkčnej zlúčeniny je pentaerytrít.

Objemnosť priadze závisí v prvom rade od zmrštenia vlákna, ktoré nastalo pri zob-

jemňovaní, musí vysoko-zmrštivé vlákno pri zmršťovaní prekonávať odpory ostatných vlákien priadze. Schopnosť prekonávať odpory závisí od zmršťovacích síl, ktoré vlákno je schopné vyvinúť. Takto zmršťovacia sila ovplyvňuje pri zobjemňovaní zmrštenie a tým aj objemnosť priadze. Preto pre dosiahnutie vysokej objemnosti je potrebné mať nielen vlákno s dostatočným zmrštením, ale súčasne aj vlákno, ktoré sa vyznačuje vysokými zmršťovacími silami.

Zmršťovacia sila je definovaná ako sila, ktorú je vlákno schopné pri zmršťovaní vyvinúť. Keď sila pôsobiaca proti smeru zmršťovania je nulová, vlákno dosahuje najvyššie zmrštenie dosiahnuteľné za daných podmienok. Keď sa sila pôsobiaca proti smeru zmršťovania zvyšuje, zmrštenie klesá. Sila pôsobiaci proti smeru zmršťovania je pri danom zmrštení súčasne totožná so zmršťovacou silou, má jedine opačný smer. Sila, pri ktorej sa vlákno práce dĺžkovo nemení, označuje sa ako maximálna zmršťovacia sila. Keď sa sila, pôsobiaca proti smeru zmršťovania zvyšuje nad maximálnu zmršťovaciu silu, vlákno sa predlži.

Najjednoduchší spôsob stanovovania zmršťovacích síl a maximálnej zmršťovacej sily je tento: jednotlivé vlákna sa zafažia rôzne veľkým závažím a pôsobí sa na ne zvolenou teplotou, najčastejšie sa používa teplota 150 °C. Postačuje doba 5 minút. Potom sa stanoví dĺžkové zmeny. Výsledky je možné graficky znázorniť ako závislosť medzi pôsobiacou silou a zmrštením. Z grafického znázornenia je možné určiť pre každé zmrštenie príslušnú zmršťovaciu silu. Z nulovej zmeny dĺžky sa odčíta maximálna zmršťovacia sila. Zmršťovacie sily je účelné prepočítat na jednotkovú jemnosť, obvykle sa vyjadrujú v centinewtonoch na jeden decitex.

Polykondenzácia sa môže robiť všetkými bežnými spôsobmi, aké sa používajú pre výrobu vláknotvorných polyesterov a kopolyesterov. Aj zvlákňovanie a dĺženie sa môže robiť bežnými spôsobmi známymi pre výrobu vysoko-zmrštivých vlákien. Vysoko-zmrštivé vlákna sa neustaľujú. Hlavnou výhodou postupu podľa tohoto vynálezu je, že zvýšené relaxačné sily vedú k vyššiemu zmršteniu a tým aj k vyššej objemnosti. Postup má aj ďalšie výhody. U vlákien sa znižuje ťažnosť, čo zlepšuje tvarovú stálosť výrobkov. Navyše sa skraca doba polykondenzácie, čo zvyšuje kapacitu polykondenzačného zariadenia a súčasne sa šetrí energia.

Príklad 1

Do polykondenzačného zariadenia sa navažilo 46 kg dimetyltereftalátu, 4 kg dimetylizoftalátu a 36 kg etylénglykolu. Pridalo sa 334 g glycerínu (0,4 mol %). Ďalej sa pridalo 20 g octanu manganatého ako preesterifikačného katalyzátora. Preesterifiká-

cia sa urobila bežným spôsobom. Ako stabilizátor sa pridalo 15 g trifenyfosfitu. Matovalo sa s 250 g titanovej beloby. Ako polykondenzačný katalyzátor sa pridalo 25 g kysličníka antimonitého. Polykondenzovalo sa bežným spôsobom, polykondenzácia sa ukončila pri limitnom viskozitnom čísle polyméru 0,72.

Polymér sa zvláknil s 24 otvorovou hubicou, teplota polyméru 270 °C, zvlákňovacia rýchlosť 1000 m/min. Jemnosť nevydĺženého vlákna bola 420 dtex. Vláknó sa dĺžilo vo vode pri 80 °C, dĺžiaci pomer 4,25. Porovnávacie vlákno sa vyrobilo rovnakým spôsobom, len bez prísady glycerínu. Vlákna mali tieto vlastnosti:

Vlastnosť	Porovnávacie vlákno	Glycerínom rozvetvené vlákno
Limitné visk. číslo dcl/g	0,719	0,688
Zmrštenie pri 150 °C, %	24,9	28,4
Max. zmršťovacia sila cN/dtex	0,375	0,602
Ťažnosť, %	23,7	12,4
Pevnosť, cN/dtex	4,0	3,5

Príklad 2

Postupom ako v príklade 1 sa pripravil polymér a vlákno, pričom sa menilo množ-

stvo pridaného glycerínu. Vláknó sa dĺžilo pri teplote 75 °C na dĺžiaci pomer 4:0. Vlákna mali tieto vlastnosti:

Množstvo glycerínu mol %	Ťažnosť, %	Zmrštenie, %	Max. zmršťovacia sila, cN/dtex
0	29,7	24	0,239
0,3	21,5	27,7	0,373
0,7	16,5	29,5	0,427

Príklad 3

Postupom ako v príklade 1 sa pripravil polymér a vlákno. Použité rozvetvujúce ko-

polyesterifikačné zložky a ich množstvo sú uvedené v tabuľke. Vláknó sa dĺžilo pri teplote 80 °C na dĺžiaci pomer 4,25. Vlákna mali nasledovné vlastnosti:

Rozvetvujúca modifikačná zložka	Množstvo rozvetvujúcej zložky mol %	Zmrštenie pri 150 °C, %	Max. zmršťovacia sila, cN/dtex
—	—	23,9	0,375
trimetylolpropán	0,4	26,0	0,583
pentaerytrit	0,3	26,8	0,602
trimetyltrimezinát	0,4	27,1	0,596

PREDMET VYNÁLEZU

1. Spôsob výroby vysokozmrštvivých kopolyesterových vlákien so zvýšenými relaxačnými silami vyznačený tým, že sa zvlákňuje a dĺži vláknotvorný kopolyester, v ktorom z kyselinovej zložky kyselina tereftalová tvorí od 85 do 96 molárnych % a kyselina izoftalová od 4 až 15 molárnych %, glykolovou zložkou je etylénglykol a navyše sa polykondenzuje za prítomnosti 0,05 až 0,7 molárnych % troj, alebo viacfunkčnej estero-

tvornej zlúčeniny obsahujúcej hydroxylové, fenolické, alebo karboxylové skupiny, ktoré môžu byť voľné, alebo esterifikované jednosýtnym alkoholom alebo etylénglykolom.

2. Spôsob výroby vysokozmrštvivých kopolyesterových vlákien so zvýšenými relaxačnými silami podľa bodu 1 vyznačený tým, že troj alebo viacfunkčné esterotvorné zlúčeniny sú glycerín, trimetylolpropán, trimetyltrimezinát a pentaerytrit.